

\*\*\*\*\* Welcome to STN International \*\*\*\*\*  
 FILE 'WPIDS' ENTERED AT 15:13:22 ON 29 NOV 2005  
 FILE LAST UPDATED: 25 NOV 2005 <20051125/UP>  
 MOST RECENT DERWENT UPDATE: 200576 <200576/DW>  
 DERWENT WORLD PATENTS INDEX SUBSCRIBER FILE, COVERS 1963 TO DATE

L1 E JP52084232/PN  
 1 S E3  
 => D STD ABS

E JP370124287/PN

E#	FILE	FREQUENCY	TERM
---	----	-----	----
E13	WPIDS	1	JP3701241 B2/PN
E14	WPIDS	1	JP3701242 B2/PN
E15	WPIDS	0 -->	JP370124287/PN
E16	WPIDS	1	JP3701243 B2/PN
E17	WPIDS	1	JP3701244 B2/PN

-----  
 L1 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 2005 THE THOMSON CORP on STN  
 Full Text  
 AN 1976-14935X [09] WPIDS  
 TI Powder carotenoid compsns - contg sodium lauryl sulphate, are  
 readily

dispersible in water.  
 DC B05 B07 C03 D13 D21 E24  
 PA (HOFF) HOFFMANN LA ROCHE & CIE SA F  
 CYC 9  
 PI BE 832331 A 19760212 (197609)\*  
 DE 2534091 A 19760226 (197610)  
 NL 7509586 A 19760217 (197610)  
 JP 51041732 A 19760408 (197621)  
 FR 2281961 A 19760416 (197622)  
 US 3998753 A 19761220 (197701)  
 JP 52084232 A 19770713 (197735)  
 GB 1502895 A 19780308 (197810)  
 AT 7506256 A 19790115 (197904)  
 IT 1050722 B 19810320 (198125)

PRAI US 1974-497025 19740813  
 IC A23K001-16; A61K045-00; A61K047-00; B01J013-00; C01B000-00;  
 C07C000-00

AN 1976-14935X [09] WPIDS  
 AB BE 832331 A UPAB: 19930901

A powder compsn. dispersible in water based on carotenoids  
 contains carotenoids of particle size <0.1 mu and sodium lauryl  
 sulphate. The carotenoid pigments are used as colouring matls. in  
 foods, pharmaceuticals and cosmetics. They are also used in animal  
 feeds e.g., for removing the yellow colour of eggs and the skin, and  
 also as a vitamin A source. The compsns. obtd. ar readily dispersible  
 in aq. solns. to give clear, uniformly coloured solns.

## English Translation of Selected Passages of JP-A-52-84232

From page 3, left upper column, line 5 to right upper column, line 5

The process for production of a water-dispersible carotenoid-containing powder composition by the present invention comprises

a) preparing a solution of a carotenoid and an antioxidant in a volatile organic solvent,

b) preparing an aqueous solution of sodium lauryl sulfate, a water soluble carrier composition, an antiseptic and a stabilizer and adjusting the pH of the solution to 10 to 11,

c) preparing an emulsion by mixing the solution of the above a) and the solution of the above b) under high speed mixing and high shearing,

d) removing the organic solvent while maintaining high speed mixing and high shearing, and

e) adjusting the solid content of the emulsion using water, and spray drying the resulting emulsion.

From page 4, right upper column, line 9 to left lower column, line 1

Volatile organic solvents fit for use in the present invention are the same as known solvents for carotenoids. Such solvents include halogenated aliphatic hydrocarbons, preferably polyhalogenated methane such as chloroform, carbon tetrachloride and methylene chloride. However, other volatile solvents such as benzene and carbon disulfide can also be used. Chloroform is a preferred solvent.

⑬日本国特許庁

⑪特許出願公開

公開特許公報

昭52—84232

⑥Int. Cl.<sup>2</sup>  
C 09 B 61/00  
A 23 L 1/275

識別記号

⑦日本分類  
23 B 2  
34 K 4

庁内整理番号  
6561—47  
7236—49

④公開 昭和52年(1977)7月13日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 10 頁)

⑭水—分散性カロチノイド含有粉末組成物

イ州フオートリー・ホリゾン  
ロード1

①特 願 昭51—473

②出 願 昭51(1976)1月1日

⑦発 明 者 トマス・ウィリアム・アントシ  
キウ

アメリカ合衆国ニュージャージ  
イ州キールニイ・リンデンアベ  
ニュー16

同 マルコ・アルフレッド・カナロ  
ンガ

アメリカ合衆国ニュージャージ

⑦発 明 者 アーノルド・コツフ

アメリカ合衆国ニュージャージ  
イ州ウエストオレンジ・レノッ  
クステラス35

⑦出 願 人 エフ・ホフマン・ラ・ロツシュ  
・ウント・カンパニー・アクチ  
エンゲゼルシヤフト

スイス国バーゼル・グレンツア  
ーヘル・ストラツセ124—184

⑦代 理 人 弁理士 小田島平吉

明 細 書

1 発 明 の 名 称

水—分散性カロチノイド含有粉末組成物

2 特許請求の範囲

1. カロチノイド及びラウリル脂肪酸ナトリウム  
を含んで成る、カロチノイドが0.1ミクロンより  
小さい粒径を有する水—分散性カロチノイド含有  
粉末組成物。

2. 該組成物の重量を基準とするときパーセン  
トで、約2%乃至約15%のカロチノイド及び約  
1%乃至約6%のラウリル脂肪酸ナトリウムを含ん  
で成る特許請求の範囲第1項記載の組成物。

3. 該組成物の重量を基準にして重量パーセン  
トで、約2%乃至約15%のカロチノイド、約1  
%乃至約6%のラウリル脂肪酸ナトリウム、約7.5

%乃至約90%の水溶性担体組成物、約0.1%乃  
至約0.5%の防腐剤、約0.05%乃至約0.3%の  
安定剤及び約1%乃至約10%の乳化防止剤を含  
んで成る特許請求の範囲第1項又は第2項記載の  
組成物。

4. 該水溶性担体組成物が炭水化物1部に対し、  
ゼラチン及び変性食用増粉から成る群より選  
ばれた水溶性保藏コロイド約1.0乃至約2部を含  
んで成る特許請求の範囲第1項、第2項又は第3  
項記載の組成物。

5. 該カロチノイドがカンタキサンチン、 $\beta$ -  
アポ-8'-カロチナール、ゼアキサンチン又は $\alpha$ -  
スタキサンチンである特許請求の範囲第1項、第  
2項、第3項又は第4項記載の組成物。

3 発明の詳細な説明

本発明はカロチノイド及びラウリル酸、ナトリウムを含んで成り、そして該カロチノイドが0.1ミクロンより小さい粒径を有する、水分散性カロチノイド含有粉末状散物に関する。

カロチン、リコピン、ビキシン、ゼアキサンチン、クリプトキサンチン、ルテイン、カンタキサンチン、アスタキサンチン、 $\beta$ -アポ-8'-カロチナール、 $\beta$ -アポ-12'-カロチナール、及びこれらのうちヒドロキシ又はカルボキシを含有するもののエステルは着色剤としてかなり重要となつてきている。

カロチノイドは黄色乃至赤色の染料であり、植物及び動物界に存在する染料と同一又は加群物の何れかである。天然に存在する染料に対してこのような関係がある故に、カロチノイドは、着色材

である結果として、均一な又は十分に強い着色効果を得るのが極めて困難だからである。而して、カロチノイドが水に不溶性であると言うことは、例えばフルーツジュース、フルーツジュースもしくはフルーツジュースフレーバー入りミネラルウォーター、アイスクリーム等の如き水性ベースを有する食品、並びに例えばブディングパウダー、スープ粉末、乾燥粉末をまじ、トマト濃縮液及びレモネードパウダーの様な乾燥飲料ベースの如き、水に加えて元の形にするか又は使用を立止る水と共に調製される乾燥食品を着色するための着色剤としてカロチノイドを直接使用することに対する妨げとなつてゐる。

今回、本発明による粉末組成物は水溶液中で容易に分散することができて光学的に透明な水性用

料として使用するため、例えば食品及び医薬品又は化粧品のための合成着色剤の代替物としてかなりの利点を有する。加えてカロチノイドは例えば酸化卵黄もしくは皮膚着色剤及びビタミンA活性源を提供するために動物飼料中で使用される。

カロチノイドは水に不溶性で且つ比較的高い粘度を有する物質である。さらにカロチノイドは非常に酸化を受けやすい物質である。これらの特性はこの結晶性物質を水性食品もしくは飼料の着色又はビタミンA源としての用途に対して直接使用する場合弊害を及ぼす。何故ならこの物質はこの形において不十分にしか吸収されなへか又は、貧弱な着色効果しか与えないからである。カロチノイドの上記特性は特に水性媒体の着色において不利である。何故ならカロチノイドが水に不溶性

散物を形成し且つこれらの水溶液を所望の均一な色に着色するため、前記の不利な点を導かないことが見出された。

本発明の目的は、使用されるカロチノイドは、着色剤として有用な公知の天然の又は合成の入り手し得る飼料の代表的な化合物、例えばリコチン、リコピネン、ビキシン、ゼアキサンチン、クリプトキサンチン、ルテイン、カンタキサンチン、アスタキサンチン、 $\beta$ -アポ-8'-カロチナール、 $\beta$ -アポ-12'-カロチナール、 $\beta$ -アポ-8'-カロチン酸( $\beta$ -apo-8'-carotenoid acid)及びこれらの内ヒドロキシ又はカルボキシを含むもののエステル例えば低級アルキルエステル、好ましくはメチル及びエチルエステルである。上記カロチノイドは所望とする

態に依存して、単独又は混合物の状態で使用することができる。特に好ましくはラウリル硫酸ナトリウムであり、これは天然物から得られるか又は合成により製造することができる。

本発明による水-分散性クロチノイド含有粉末の吸収時の製造方法は、

- カロチノイド及び酸化防止剤の微細生有液の分散液をつくり、
- ラウリル硫酸ナトリウム、水溶性固形物、防腐剤及び安定剤の分散液をつくり、且つ該分散液のpHを1.0乃至1.1に調整し、
- 高速度での混合及び高剪断の作用を用いて上記(a)及び(b)の分散液のエマルジョンをつくり、
- 高速度混合及び高剪断を保持しながら噴霧液

水相pH調整を用い、有液微細除去後且つ滅菌処理前の得られたエマルジョンのpHは約9から約10に変化することができる。かかるエマルジョンが作られたカロチノイド粉末は改良された安定性を有し、且つ水性食糧調製物又は溶液中で分散された場合、元の着色色と粘度と同じ光学的透明性を有する状態を形成する。

本発明において使用される乳化技術は高速度攪拌即ち約3,000rpm乃至約12,000rpmを高剪断力と組合せて使用することを包含する。高剪断力は該エマルジョンの分散相中のカロチノイドに対して小さな速度を施ること、従つて主たる乾燥したカロチノイド含有粉末混合物中のカロチノイドに対して小さな速度を施るのに必須である。

高剪断力とは流体の2つの接触部分がその接触

領域を除去し、そして

- 水を用いて該エマルジョンの固形分含量を調整し、次いで得られるエマルジョンを噴霧乾燥する、

ことから成る。

該エマルジョンの水相調整本のpHは、ラウリル硫酸ナトリウム及び得られるエマルジョンが1.0又はそれ以下のpHにおいて不安定であるから、臨界内要因(critical factor)である。即ち1.0又はそれ以下のpH値を有するエマルジョンから作られた噴霧乾燥クロチノイド粉末も不安定であり、それから作られる分散液の透明性に悪影響を及ぼす。好ましくは水相エマルジョン本体のpHは1.0乃至1.1の範囲内にあるべきであり、1.04±0.2にあるのが最良である。この

前に予行な方向に相互に対してすべりを與へるように加えられた力をいう。効果的な剪断力は固形分含量及び混合される媒体の粘度、混合速度及びミキサーと混合容器の幾何学的形状に依存する。高速度混合及び高剪断力はこの2つの特徴を達成するミキサーの型は、例えば一本の軸上に2箇の逆向きフィードコーン(inverted feed cone)つ間に固定された2箇の分岐した螺旋状の環状水平剪断板(serrated circular horizontal shear plates)を有する単軸ミキサーを用いる。この型のミキサーを例えば高速度混合及び高剪断力の両方が迅速に達成される。

本発明の水-分散性クロチノイド粉末を得る場合に重要なのは、分散相の小滴の径極小値を通常1ミクロン以下に保つたうえで分散相の剪断力

を与えることである。すなわち、本発明の油剤として適当なことは、乳剤形成の除去の困難を混合及び高剪断力を保持することである。

既に述べた乳化技術はラウリル硫酸ナトリウム乳化剤と共に調製されたpHを使用することを組合わせることにより、該エマルジョンの分散した油相中で含めるカロチノイドの粒径は0.1ミクロン以下までかなり減少し、主として乾燥したカロチノイド含有粉末組成物中のカロチノイドは粒径が0.1ミクロンより小さくなる。該カロチノイド含有粉末組成物と水相中で分散して光学的に透明な乳剤組成物を得る場合及び動物飼料中に添加した際の該カロチノイド粒子の生物学的有効性(bioavailability)を高める場合に、このカロチノイドの粒径は主要な要因である。従って該

乾燥したカロチノイドは含有粉末組成物の粒径はこれ自体臨界的要因ではない。

かくしてラウリル硫酸ナトリウムを乳化剤として使用した場合は約2.5重量部乃至約1.5重量部のカロチノイドを含む水一分散性粉末を調製することができる。かかるパーセントのカロチノイドを含有するこれらのカロチノイド粉末組成物からつくられた水性組成物の透明性は優秀である。

本発明において使用する油剤とした揮発性有機溶媒はカロチノイドに対する公知の溶媒と同じものである。かかる溶媒はハロゲン化脂肪族炭化水素、好ましくはポリハロゲン化メタン例えばクロロホルム、四塩化炭素及び塩化メチレンである。しかしながら、他の揮発性溶媒例えばベンゼン又は二硫化炭素も又使用され得る。クロロホルムが

好ましい溶媒である。

本発明の好ましい油剤溶媒においては、ラウリル硫酸ナトリウム乳化剤、水性主体組成物(ゼラチン、変性食用澱粉及び砂糖)、防腐剤(アスコルビン酸、ソルビン酸及び安息香酸ナトリウム)及び安定剤(CDA)を含んでなる水相エマルジョン前駆体を調製してそのpHを調整剤例えば水酸化ナトリウムで10乃至11に調整する。

油相エマルジョン前駆体は該カロチノイド及び酸化防止剤即ちBHT及び $\alpha$ -トコフェロールをクロロホルム又は他の揮発性有機溶媒中に溶解することによって製造される。かかる油の適當な組成は前記した通り、ハロゲン化脂肪族炭化水素、ベンゼン又は二硫化炭素である。

カロチノイド含有油相は高粘度化及び高剪断力

を用いて上記水相に加えられる。高濃度混合及び高剪断力は揮発性有機溶媒のすべてが蒸発してよって除去される迄乳化後も続けられる。

得られるエマルジョンは、標準的な噴霧乾燥法を使用して噴霧乾燥操作、二重分散技術(double dispersion technique)または小滴をコレクティングパウダー(collecting powder)へ噴霧することにより小ミーズ状で乾燥すること、該エマルジョンのキャストング(casting)の乾燥及び粉碎すること、ドラム乾燥及び凍結乾燥法に共に従う。

前記配合を使用して約2重量部乃至約1.5重量部のカロチノイドを含有する水一分散性カロチノイド含有粉末組成物を調製することができる。かかる粉末組成物のカロチノイド成分は0.1ミクロ

ンより小さい径径を付する。かかる増増のカロチノイド増増を付するカロチノイド含有粉末組成物の形成能力は、例えば、該粉末中のカロチノイドの溶解に依存して、極めて広範囲の色が形成中で得られることを要求してゐる。

2.5重量部乃至15重量部の例えばカンタキサンチンを含む水一分散性粉末を、本発明の方法によつて調製することができる。その中で分散した粉末を含む水性組成物の透明性は優秀である。これらの水性カンタキサンチン組成物は藍色であり、光学的に透明であり且つ著しい着色能力を示してゐる。これらは化学的に透明性が重要である食品即ち、フレーゼジュース、シロップ、糖漿 (confection) 等の着色に有用である。

本発明の方法によつて調製された1部の例えば

至約90重量部の食用の無菌的に貯存し得る水性組成物を含む、それは脱水化物、例えばサツクロース、フルクトースラクトース、塩化糖等及び水溶性保護コロイド例えばゼラチン、変性食用澱粉等から成り、その際水溶性保護コロイドが脱水化物の重量比は約1/1乃至約2/1の範囲である。該変性食用澱粉は、乾燥の穀物または根をベースとする天然澱粉例えば、トウモロコシ、モロコシ (sorghum)、小麦、ジャガイモ、タピオカ、サゴ (sago) 等の何れかを、該天然澱粉の初生または生して所望の性質とする少量の改変する化学試薬で処理することにより得られる製品である。本発明の組成物中でそのほかの改変した変性澱粉は、澱粉エステル—澱粉オクテニルコハク酸ナトリウム (Starch sodium octenyl succinate) で

ゼアキサンチンを含む小ビーズは、いつでも与える場合、大きな粒径のゼアキサンチンを使用する顕著な色に比較して顕著な色の差の改善が得られる。

該組成物の各成分を最適で乳化し得るための乳化方法に於いて使用されるラウリル硫酸ナトリウムの量は、該粉末組成物の重量を基準として約1重量部乃至6重量部であることができる。より大量のラウリル硫酸ナトリウムを最終粉末に含有する作用を及ぼすことなく使用することができるが、しかしかかる大量の使用によつて特別の利益は得られない。

本発明によるカロチノイド粉末組成物は、カロチノイド及びラウリル硫酸ナトリウムに加えて、該粉末組成物の重量を基準として約7.5重量部乃至

ある。

さらに、該カロチノイド粉末組成物は該粉末の重量を基準として、約0.1重量部乃至約0.5重量部の食用無菌的に貯存し得る助剤、例えば下記の1重又はそれ以上を含む：安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、*p*-ヒドロキシ安息香酸メチル (メチルパラベン)、*p*-ヒドロキシ安息香酸プロピル (プロピルパラベン) 等。

該カロチノイド粉末組成物の重量を基準として、約0.15重量部乃至約0.3重量部の食用の無菌的に貯存し得る助剤、例えばエチレンジアミン四酢酸を、該組成物の各成分の作用に対して該エマルジョンを安定化するために使用することができる。

本発明の組成物は又、該カロチノイド粉末組成

切の量を基準として約1重量部乃至約10重量部、好ましくは約6重量部乃至約7重量部の食用の系剂的に許容し得る酸化防止剤を含み、該酸化防止剤は列え、ブチル化ヒドロキシアニソール (BHA)、ブチル化ヒドロキシトルエン (BHT)、アスコルビン酸及びトコフェロール類の如き通常の物質の1種又はそれ以上からなる。ヒドロキシトルエン及び $\delta$ - $\alpha$ -トコフェロールがカロチノイド1部乃至2部に対して各酸化防止剤の重量を約1部の濃度範囲で使用されたものは好ましい。

以下の表を用いてより本発明を更に説明する。

#### 実施例 1

2.5%カンタキサンチン噴霧乾燥粉末

ゼラチン330g、サツクロース273g、ソ

$\delta$ - $\alpha$ -トコフェロール 22.5g

クロロホルム 52.5g

を混合して成る油相を、先ずBHTと $\delta$ - $\alpha$ -トコフェロールとの混合物を80℃に加熱することによってBHTを $\delta$ - $\alpha$ -トコフェロール中に溶解することにより調製する。残液を50℃に冷却し、次いで液状の油液となる迄クロロホルムと混合する。カンタキサンチンを懸濁液として下記の溶液に加えてして溶解せしめる。

上記水相及び油相の両者を約50℃乃至55℃に加熱する。高速混合及び高剪断力ミキサーを用いて油相を水相に均しく加える。混合が終了後、高速高剪断混合を15分間行なう。この間エマルジョンの温度は55℃に保持する。温度を徐々に上げ且つ、すべてクロロホルムが溶解してしま

特開昭52-84232(6)

ルビン酸0.75g及び安息香酸ナトリウム1.50gを蒸留水330gに加える。このゼラチン混合物を約50℃で一晩水相させる (hydrate) ことにより可溶化する。

次の溶液を調製する：

アスコルビン酸 22.5g

BHA 0.75g

ラウリル硫酸ナトリウム 12.0g

蒸留水 105.0g

次いでこの溶液を上記ゼラチン-糖液に加えてエマルジョンの水相を作る。この溶液のpHを2.0重量部水酸化ナトリウム溶液を用いて10.4±0.2に調節する。

カンタキサンチン 23.3g

ブチル化ヒドロキシトルエン (BHT) 22.5g

う混合液を調製する。エマルジョンの温度が約75℃に達した時、この混合液は通常完了する。

混合が行なわれている間蒸留水をエマルジョンに加える適当な粘度を保持する。

すべてクロロホルムを除去した後、充分な蒸留水を加えてして充分なエマルジョンと混合し、噴霧乾燥に好適な粘度とエマルジョンの水分含量にする。

噴霧乾燥機を用いて通常の噴霧乾燥条件下でエマルジョンを噴霧乾燥する。

得られる粉末状混合物のカロチノイド成分は、0.1ミクロン以下の粒径を有する。この噴霧乾燥粉末は自由流動性であり、水に溶けず非常に適当な分散液を形成する。遊明な炭素の含有を持つゼラチンエデグレートとして及び并りを持つ水溶性



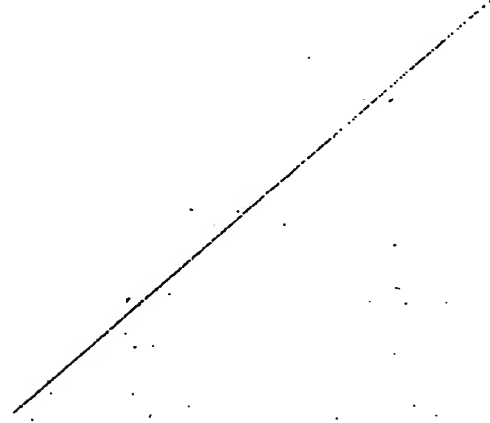
## 実 施 例 2

料をつくりかえる自分の調製物に使用した時、得られる凝結は従来に比し透明性と色を有する。

安定性、即ち水-分散性粉末に対する該カロチノイドの保持力を室温及び45℃で測定した。結果を下記表に示す。

保 存 時 間	温 度	容 量	保 持 率
℃	月		%
室温	3	密閉	100
45	1	開放	27
45	1	密閉	100
45	2	開放	97
45	2	密閉	100
45	3	開放	94
45	3	密閉	100

下記の吸着試験した水-分散性カロチノイド含有粉末を、表1に記載した如くして調整した5.0%、7.5%及び10%のカンタキサンチンを含有するエマルジョンから生成せしめた。



	5.0%	7.5%	10%
カンタキサンチン	46.6 %	70 %	93 %
BHT	22.5 %	22.5 %	22.5 %
dL-α-トコフェロール	22.5 %	22.5 %	22.5 %
サツクロース	279 %	279 %	279 %
ゼラチン	330 %	330 %	330 %
アスコルビン酸	22.5 %	22.5 %	22.5 %
安息香酸ナトリウム	1.5 %	1.5 %	1.5 %
ソルビン酸	0.75 %	0.75 %	0.75 %
EDDA	0.75 %	0.75 %	0.75 %
ラウリル硫酸ナトリウム	22 %	30 %	40 %
水酸化ナトリウム20重量%溶液 により水相を右記のpHに調整	10.35	10.4	10.5
エマルジョンの最終pH	9.65	9.4	9.4
吸着試験粉末、溶液の透明性	非常に透明	透明	透明
ゼラチンデザートテスト*	非常に透明	透明	透明
阪本飲料テスト*	非常に透明	透明	5%で透明。乳白色

\* 元にもどしたもので

安定エマルジョンを下記表に記載する。

カンタキ サンテン	濃度 %	時間 月	経路	保持量 %
5%	塩基	3	密閉	100
5%	4.5	1	開放	102
5%	4.5	1	密閉	103
5%	4.5	2	開放	100
5%	4.5	2	密閉	103
5%	4.5	3	開放	94
5%	4.5	3	密閉	109
7.5%	4.5	1	開放	100
7.5%	4.5	1	密閉	100
10%	4.5	1	開放	98
10%	4.5	1	密閉	94

EDTA	0.5%
ラウリル硫酸ナトリウム	15.0%
水酸化ナトリウム (20重量%溶液)	水相のpHを10.4 にするに充分な量

#### 実 施 例 4

ゼアキサンテン1%を含み且つ下記表に記載した組成を有する小ビーズを、実例1に記載の如くして調製したエマルジョンからつくった。

ゼアキサンテン	17.1%
BHT	22.5%
d1- $\alpha$ -トコフェロール	22.5%
サツカロース	27.9%
ゼラチン	33.0%
アスコルビン酸	22.5%
安息香酸ナトリウム	1.5%

#### 実 施 例 5

5%の $\beta$ -アポ-8'-カロチナールを含み且つ下記表に記載した組成を有する水-分散性吸着剤 $\beta$ -アポ-8'-カロチナール粉末分、実例1に記載の如くして調製したエマルジョンを噴霧乾燥することによりつくった。

$\beta$ -アポ-8'-カロチナール	31.0%
BHT	15.0%
d1- $\alpha$ -トコフェロール	15.0%
ゼラチン	135.0%
変性食用淀粉	135.0%
サツカロース	135.0%
アスコルビン酸	1.5%
ソルビン酸	0.5%
安息香酸ナトリウム	1.0%

ソルビン酸	0.75%
EDTA	0.75%
ラウリル硫酸ナトリウム	7.4%
水酸化ナトリウム (20重量%溶液)	pH10.4とする に充分な量

回転噴霧ヘッド及び逆回転ドラム (counter-rotating drum) を備えた装置を、微小ビーズをつくるために使用した。この装置においてエマルジョンを回転噴霧ヘッドの微小ノズルから放出して吐出した。吐出される小滴は回転ドラム中の空気中に懸濁せしめられている粉末の淀粉材料と接触する。ドラム及び噴霧ヘッドは、空気中の淀粉粉末の懸濁物が、入って来るエマルジョン噴霧体の小滴と反対の回転方向に流れるように反対方向に回転する。

得られるエマルジョンを回転噴霧ヘッドへと送り込む。ドラムに約3分の極分までなる迄予め乾燥した2種の「ドライ・フロ」(Dry-Flo)を振り込む。すべてのエマルジョンが「ドライ・フロ」中に捕獲された後、粉砕と小ビーズとの混合物を約1時間放置し、次いで150USメッシュ通過である分する。希上で保持されたカロチノイド含有粒子を集め、乾燥トレイ上に広げ、次いでオープン中で乾燥する。

この乾燥した自由流動性の小ビーズは動物飼料中での使用に適している。のんびりと与えた場合、そこに含まれる小さい粒子のアスタキサンチンは卵黄の着色効果を高める。

#### 実施例5

1分のアスタキサンチンを含ま且つ下で表に記

乾燥した自由流動性の小ビーズは動物飼料における使用に適している。のんびりと与えた場合、そこに含まれる小さい粒径のアスタキサンチンは黄卵黄色効果を高める。

なお本発明の主な関連事項を示せば次の通りである。

- 1) (a) カロチノイド及び酸化防止剤の溶解性有機溶媒中の溶液をつくり、
- (b) ラウリル硫酸ナトリウム、水溶性固体増粘剤、防錆剤及び安定剤の水溶液をつくり、且つ該溶液のpHを約10乃至11に調節し、
- (c) 上記(a)及び(b)で得た溶液を均速での混合及び高剪断の両者を用いてエマルジョンをつくり、
- (d) 高剪断台及び高剪断を維持しながら係有装

成した組成を有するビーズを該例1に示成り如くして得たエマルジョンから作り、且つ該例4の通りに乾燥して。

アスタキサンチン	17.1g
BHT	22.5g
dl-α-トコフェロール	22.5g
サツカコース	279g
セラチン	330g
アスコルビン酸	22.5g
安息香酸ベンゼン	1.5g
ソルビン酸	0.75g
DLA	0.75g
ラウリル硫酸ナトリウム	7.4g
水酸化ナトリウム (20%水溶液)	pH10.4とする にて分注

置係を除去し、そして

- (e) 水を用いて該エマルジョンの固形分濃度を薄めし、次いで得られるエマルジョンを乾燥乾燥する。

ことを特徴とする。カロチノイドが0.1ミクロンより小さい粒径を有する水-分散性カロチノイド含有粉末組成物の製造方法。

- 2) 該粉末の組成を基準とする重量パーセントで、約2%乃至約15%のカロチノイド及び約1%乃至約6%のラウリル硫酸ナトリウムを含んで成る粉末組成物を提供するために充分な量のカロチノイド及びラウリル硫酸ナトリウムを使用する上記例1に示成の方法。

- 3) 該粉末の組成を基準とする重量パーセントで、約2%乃至約15%のカロチノイド、約1%

2字印刷

乃至約6%のラウリル硫酸ナトリウム、約7.5%乃至約9.0%の水溶性相成物、約0.1%乃至約0.5%の防腐剤、約0.05%乃至約0.3%の安定剤及び約1%乃至約10%の酸化防止剤を含んで成る粉末組成物を提供するのに充分な量のクロチノイド、ラウリル硫酸ナトリウム、水溶性相成物、防腐剤、安定剤及び酸化防止剤を使用する上記項1又は2に記載の方法。

4) 水溶性相成物が炭水化物1部に対し、ゼラチン及び変性食用成分から成る部より選ばれた水溶性炭素コロイド約1.0乃至約2部を含んで成る上記項1、2又は3に記載の方法。

5) 該カロチノイドがカンタキサンチン、 $\beta$ -アポ-8'-カロチナール、ゼアキサンチン又はアスタキサンチンである上記項1-4に記載の同

れかの方法。

6) 前記に特定の記載された、特に明細書施例に照して記載された水-分散性カロチノイド含有粉末組成物の製造方法。

特許出願人 エフ・ホフマン・ラ・ロッシュ・ウント・カンパニー・アクチエンゲゼルシャフト

代理人 弁理士 小 出 島 平 吉